

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11) 特許出願公告番号

特公平7-88274

(24) (44) 公告日 平成7年(1995)9月27日

(51) Int.Cl. <sup>4</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 3 0 B 29/36 23/02	A	8216-4G		

発明の数1(全 5 頁)

(21) 出願番号	特願昭60-205551	(71) 出願人	999999999 三洋電機株式会社 大阪府守口市京阪本通2丁目5番5号
(22) 出願日	昭和60年(1985)9月18日	(72) 発明者	古賀 和幸 大阪府守口市京阪本通2丁目18番地 三洋 電機株式会社内
(65) 公開番号	特開昭62-66000	(74) 代理人	弁理士 安富 耕二 (外1名)
(43) 公開日	昭和62年(1987)3月25日		
審判番号	平6-16139	審判の合議体	審判長 日野 あけみ 審判官 森竹 義昭 審判官 長者 義久
		(56) 参考文献	特開 昭59-54697 (J P, A)

(54) 【発明の名称】 SiC単結晶の成長方法

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 SiCからなる原材料を加熱し、該原材料の上方側に配置されたSiC単結晶からなる種結晶に向かって上方への昇華ガスを生じさせ、該種結晶上にSiC単結晶を成長させるSiC単結晶の成長方法であって、上記原材料温度を2300～2500℃、上記種結晶と該原材料との間の温度勾配を5～20℃/cm、該種結晶温度を該原材料温度より低く且つその温度差が300℃以下である2200～2400℃、反応系内の雰囲気ガス圧を1～10Torrとすると共に、上記昇華ガスを上記種結晶表面へ集中して導くための黒鉛からなる集中手段を介して該種結晶表面上へ指向せしめたことを特徴とするSiC単結晶の成長方法。

【発明の詳細な説明】

(イ) 産業上の利用分野

2

本発明はSiC(シリコンカーバイド)単結晶の成長方法に関する。

(ロ) 従来の技術

SiC単結晶は物理的、化学的に安定で、しかも高温、放射線に耐える素材であるため、耐環境性半導体素子材料として注目をあびている。また、なかでも6HタイプSiC単結晶はエネルギーギャップが3.0eVと大きく青色発光ダイオード等の材料として供されつつある。現在、6HタイプSiCのインゴット状単結晶の成長は主に昇華方が採用されている。

ジャーナル オブ クリスタル グロウズ (Journal of Crystal Growth) 52 (1981) P146～150には、SiC単結晶からなる種結晶温度を1800℃、SiC粉末からなる原材料温度を2200℃以下とし、真空昇華法により6HタイプSiC単結晶を成長させる方法が開示されている。

また、特開昭59-35099号公報には、原材料を1800~2200°Cで加熱昇華させ、更に種結晶を2000°C以下で且つ原材料より50~200°C低い温度に保つとともに不活性気体の圧力を数百Torrの高圧としてSiC単結晶を成長させ、次にその圧力を1~10Torr迄の低圧に漸減し、この低圧状態でSiC単結晶を成長させる方法が開示されている。

#### (ハ) 発明が解決しようとする問題点

然るに前者の方法では成長速度が数mm/hと極めて大きい、柱状に成長しやすく、色々の形や方向の結晶面が現われ結晶性が悪い。また、後者の方法では成長速度が数

#### (ニ) 問題点を解決するための手段

本発明方法は斯る点を鑑みて成されたもので、その構成的特徴は、SiCからなる原材料を加熱し、該原材料の上方側に配置されたSiC単結晶からなる種結晶に向って上方への昇華ガスを生じさせ、該種結晶上にSiC単結晶を成長させるSiC単結晶の成長方法であって、上記原材料温度を2300~2500°C、上記種結晶と該原材料との間の温度勾配を5~20°C/cm、該種結晶温度を該原材料温度より低く且つその温度差が300°C以下である2200~2400°C、反応系内の雰囲気ガス圧を1~10Torrとすると共に、上記昇華ガスを上記種結晶表面上へ集中して導くための黒鉛からなる集中手段を介して該種結晶表面上へ指向せしめたことにある。

#### (ホ) 作用

これにより、結晶性の秀れた単結晶を速い速度で成長できる。

#### (ヘ) 実施例

第1図及び第2図は本発明の実施例に用いるるつば

#### (1) 及び成長装置を示す。

まず第1図中、(2)はSiCからなる原材料(3)を収納するための有底で円筒形の収納部であり、該収納部の円柱状の内部空間(4)は該空間内に同心円状に配置された円筒状の壁(5)により外周室(6)と中央室

(7)との2室に分割される。また上記原材料(3)は上記外周室(6)に収納される。これはるつば(1)が加熱される場合、収納部(4)の中央部(中央室

(7))は温度が低く、この部分では原材料(3)が再結晶化して昇華しにくくなることを考慮したためである。特に、大きなSiC単結晶を得るために大型化されたるつば(1)の場合に、上述のような構造にし、外周室(6)に原材料を入れると効率良く原材料が昇華する。

(8)は上記収納部(2)上に取付けられた円筒状の集中管(集中手段)であり、該集中管はその内径が上方に向って徐々に小さくなる。(9)は上記集中管(8)上に取付けられた断熱部材であり、該断熱部材は下端が開きかつ上端に上壁を備える円筒状の部材である。また上記上壁の中央部には上下に貫通する孔(10)が形成されている。(11)は上記断熱部材(10)上に取付けられた蓋体であり、該蓋体の上壁中央部にはねじ山が切られた

ねじ孔(12)が形成されている。

(13)は円柱状の摺動部材であり、該摺動部材は上記蓋体(11)のねじ孔(12)と螺合すると共に断熱部材(9)の孔(10)を貫通する。(14)は上記摺動部材(13)の下端に装着された基板ホルダであり、該基板ホルダは上記集中管(8)と断熱部材(9)とによって形成される内部空間(15)内に配される。そして、斯る基板ホルダ(14)の下端面は保持面(16)となり、6HタイプSiC(6H形SiC)単結晶からなる種結晶(17)が固着される。(18)は円筒状のガス侵入防止管であり、該ガス侵入防止管はその外径が孔(10)の内径とほぼ等しく選ばれ、かつ上記摺動部材(13)に通されて基板ホルダ(14)上に載置されている。したがって、内部空間(15)内のガスは、このガス侵入防止管(18)によって蓋体(11)内に侵入できない。

従って、摺動部材(13)を図示の矢印(19)の方向に回動させることにより、蓋体(11)によって支持された摺動部材(13)は上下に摺動する。これに伴って、基板ホルダ(14)の保持面(16)の高さ(言い換えれば原材料(3)から種結晶(17)の下面までの高さ)を任意の結晶成長に好ましい高さに調節できる。なお、ガス侵入防止管(18)は、摺動部材(13)に通され基板ホルダ(14)上に単に載せられているだけであるから、摺動部材(14)の上下動に伴いガス侵入防止管(18)も上下動する。

さらに、この実施例では、収納部(2)の底壁に連通孔(20)が形成されている。そして、通常は、内部空間(4)と外部空間とを遮断するために、連通孔(20)には栓(21)がされている。連通孔(20)は、栓(21)が外されることにより、種結晶(17)の表面温度測定に利用されたり、また、種結晶(17)表面に形成する単結晶に不純物をドーピングする場合、ドーパント導入孔としても利用される。さらに、連通孔(20)を設けたことにより、このるつば(1)を後述する成長装置内に取付けやすいという利点もある。すなわち、連通孔(20)によるるつば(1)の位置決めがしやすく、かつ、連通孔(20)を取付用突起等に差し込むことにより、るつば(1)が容易に取付けられるからである。

この実施例で説明したるつば(1)の収納部(2)、円筒状の壁(5)、集中管(8)、断熱部材(9)、蓋体(11)、摺動部材(13)、基板ホルダ(14)、ガス侵入防止管(18)および栓(21)は、ともに、高熱に耐え得るように、黒鉛によって形成されている。

なお、上述したるつば(1)では、保温効果を高めるとともに、SiCの昇華ガスがねじ孔(12)に付着しないように、断熱部材(9)と蓋体(11)とによる2室構造としたが、基板ホルダ(14)を上下させない場合等であれば、断熱部材(9)を蓋体(11)と兼用して、構造を簡単にしてもよい。

次に、第2図に示した結晶成長装置について説明する。

図中、(30)は成長管であり、該成長管内には、上述したるつば(1)が配されている。(31)は放熱シールドであり、該シールドは上記るつば(1)を覆い、るつば(1)からの放熱を極力抑える。(32)は上記成長管(30)の周囲に巻回された高周波コイルであり、該高周波コイルの電磁誘導加熱により成長管(30)内が加熱される。尚、成長管(30)自体は上記加熱により溶けないように、二重構造とされ内部に常時水が流されて冷却されている。

(33)(34)は夫々成長管(30)に結合されたガス流入／流出用の経路であり、該ガス流入用経路から流量計(35)及びバルブ(36)で流量が調整されたアルゴン(Ar)ガス(雰囲気ガス)が成長管(30)内に流入され、他方、成長管(30)内のArガスはガス流出用経路(34)を介して抜きとられる。従って、成長管(30)内のArガス圧は結晶成長に好ましい圧力に制御される。以下に上記装置を用いた本発明の実施例を説明する。

まず、常圧(約760Torr)のArガス雰囲気中で、種結晶(17)及び原材料(3)を夫々2300°C及び2360°Cに上昇させる。尚、この種結晶と原材料との間の温度勾配は約12°C/cmである。またこのように常圧で温度上昇を行なうことにより、温度上昇過程において種結晶(17)に結晶性の悪い結晶が成長することを防止できる。

この後、成長管(30)内のArガス雰囲気(成長管内圧力)を5Torrまで下げ、この状態を保持することにより種結晶(17)表面にSiC単結晶が1~2mm/hの速度で成長する。

このようにして得られた単結晶のフォトルミネッセンス特性を調べたところ、そのピーク波長は約490nmであり、明らかに6HタイプのSiC単結晶であることが判明した。また、斯る6HタイプSiC単結晶の電気的特性は比抵抗10Ω・cm、キャリア濃度約 $4 \times 10^{16}/\text{cm}^3$ 、導電型n型と高抵抗、低キャリア濃度の単結晶が製造が可能であることがわかる。更に上記SiC単結晶を厚さ約550μmのウェハ上にスライスし、この結晶の光透過性を調べたところ第3図に示す如く、2.5~5.0μmの波長に対して良好であり、これにより斯る結晶は不純物の取込みが少ない、良好な結晶であることが理解できる。

尚、本実施例では種結晶温度、原材料温度及びArガス雰囲気を5Torrとしたが、本願はこれに限定されるものではなく、下表に示す条件で成長を行なえば上記と同様な効果が得られる。

種結晶温度	2200~2400°C
原材料温度	2300~2500°C
原材料から種結晶までの温度勾配	5~20°C/cm
Arガス圧力(成長管内圧力)	1~10Torr

上記表に示すように、種結晶温度は2200~2400°Cに保つのが好ましく、種結晶温度が2200°C未満では成長した結晶の結晶性が悪く、2400°Cを越えると熱エッチングにより成長が困難となる。また原材料温度は2300~2500°Cとすることが好ましく、2300°C未満では原材料の昇華量が少なく成長速度の低下を招き、2500°Cを越えると原材料の昇華量が多過ぎ結晶性の劣化を招く。尚、上記種結晶温度と原材料との間には種結晶温度の方が低くなるように5~20°C/cmの温度勾配をもたせることが必要でこのような温度勾配があるとき結晶性が良好となる。更に、Arガス圧力は1~10Torrとすることが好ましく、1Torr未満では結晶性が悪くグレインの集合となり、また10Torr以上では熱エッチングにより成長速度が低下する。

#### (ト) 発明の効果

本発明は、昇華ガスを原材料の上方側に配置された種結晶表面へ集中して導くための集中手段を会して該結晶表面上へ指向せしめたので、種結晶表面へ昇華ガスが効率よく指向される。しかも、この昇華ガスと接触しやすい集中手段は黒鉛からなるので、昇華ガス中に含まれるSiCの結晶成長に寄与しないSi等のガスは接触の際に集中手段から炭素が供給されて結晶成長に寄与するガスが増加する。

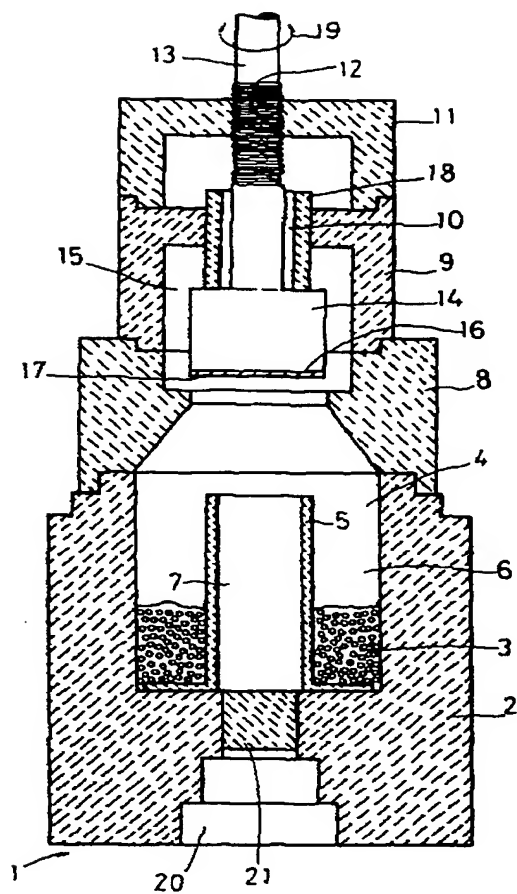
加えて、原材料温度を2300~2500°C、種結晶と原材料との間の温度勾配を5~20°C/cm、種結晶温度を原材料温度より低く且つその温度差が300°C以下である2200~2400°C、反応系内の雰囲気ガス圧を1~10Torrとした。この結果、不純物の取り込み及び結晶性の悪い結晶の成長が抑えられ、結晶の優れたSiC単結晶を短時間で成長できる。

#### 【図面の簡単な説明】

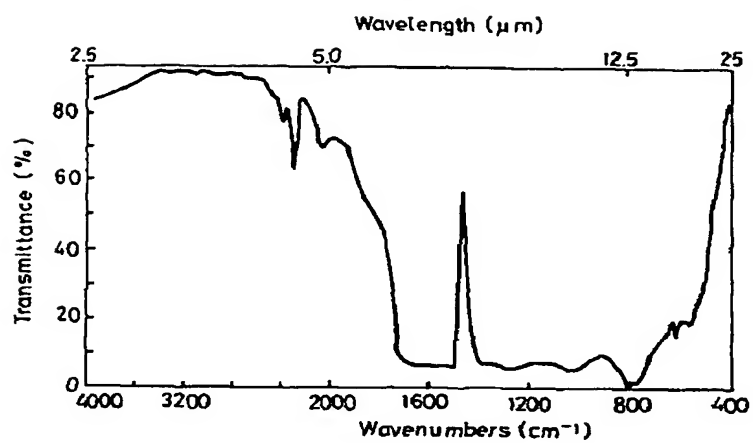
第1図及び第2図は本発明の実施例で用いるるつばの断面図及び結晶成長装置の模式図、第3図は本発明方法により得られた単結晶の光透過性を示す特性図である。

(3) ……原材料、(17) ……種結晶

【第1図】



【第3図】



【第2図】

